

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 2月25日
Date of Application:

出願番号 特願2003-047837
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2003-047837]

出願人 日立マクセル株式会社
Applicant(s):

2003年 9月12日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3075398

【書類名】 特許願

【整理番号】 3303-067

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 6/42

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社内

 【氏名】 大門 英夫

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社内

 【氏名】 梅林 信弘

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 8 8 号 日立マクセル株式会社内

 【氏名】 鶴川 公平

【特許出願人】

 【識別番号】 000005810

 【氏名又は名称】 日立マクセル株式会社

 【代表者】 赤井 紀男

【代理人】

 【識別番号】 100080193

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 杉浦 康昭

 【電話番号】 0297-20-5127

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 041911

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9400011

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 石英製光通信部品

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 石英基材の表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成され、前記凹部を埋めて形成されるアンカー層を介して金属被膜が設けられていることを特徴とする石英製光通信部品。

【請求項 2】 前記凹部の深さが、 $1\sim 4\mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項1記載の石英製光通信部品。

【請求項 3】 前記凹部は、前記石英製光通信部品の表面上の直線 $15\mu\text{m}$ あたり $1\sim 4$ 個、形成されることを特徴とする請求項1記載の石英製光通信部品。

【請求項 4】 前記アンカー層は、PまたはBの少なくとも1つの元素とNi元素を含む材料で形成されることを特徴とする請求項1記載の石英製光通信部品。

【請求項 5】 前記アンカー層が $1\mu\text{m}$ 以上の厚みで形成されることを特徴とする請求項1記載の石英製光通信部品。

【請求項 6】 石英基板の表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成され、前記凹部を埋めて形成されるアンカー層を介して金属被膜が設けられていることを特徴とする石英製光通信部品。

【請求項 7】 石英基材の表面に第一の金属被膜を設けた石英製光通信部品が、第二の金属被膜を設けたV溝部を有するシリコンベンチの前記V溝部に、前記第一の金属被膜と前記第二の金属被膜を介して金属的結合により固定されており、前記第一の金属被膜は、前記石英基材上に形成された第一のアンカー層を介して設けられ、前記第二の金属被膜は、前記V溝部に形成されたシリコン酸化物被膜、第二のアンカー層をこの順に介して設けられ、さらに、前記石英基材および前記シリコン酸化物被膜には、複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成されている事を特徴とする光通信部品。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光通信に用いる光通信部品に関する。

【 0 0 0 2 】**【従来の技術】**

光ファイバーは石英とほぼ同等の組成を有するため、石英製光通信部品の使用が注目を集めている。例えば、光通信用レンズにおいても、ガラス以外に石英製のレンズが用いられる場合がある。シリコン（S i）を主体とした光通信部品担持体シリコンベンチ（シリコン製光学ベンチ）に、上記石英製光通信部品を搭載した光通信部品は、光通信の中でその中枢となるパーツであり、基幹系光通信部品としての信頼性が求められている。一方、石英基板は、光配線、グレーティング、可変分散補償機、等の基板として、光通信分野において、シリコン基板と並び広く用いられている基板である。

【 0 0 0 3 】

これまで光通信部品を組む際、シリコンベンチに部品を搭載し、両者を紫外線硬化型樹脂等で固定していた（特許文献 1）。しかし、この方法では常温常湿下では大きな問題は発生しなかったが、高温高湿度の環境に長時間接すると部品がシリコンベンチから浮き上がったり、場合によっては脱離する問題があった。そこで、紫外線硬化型樹脂で固定するのではなく、金属的結合により固定することが考えられる。例えば、半田つけ、溶接、等である。半田付け等により固定するためには、固定部分に金属被膜を設ける必要がある。金属被膜を設ける方法としては、真空蒸着やスパッタリング等の物理蒸着法、及び無電解メッキによる湿式法があるが、無電解メッキによる湿式法が量産性の観点から圧倒的に優位である。

【 0 0 0 4 】

従来の無電解メッキの手法として、下記特許文献 2 等の開示された手法がある。特許文献 2 には、磁気記録媒体用ガラス基板にNiPを無電解メッキする手法が開示されており、メッキ膜の密着性を向上させるために、ガラス基板に微細な凹部を設ける処理を施している。

【 0 0 0 5 】

しかし、特許文献 2 に記載されている手法では、光通信部品として十分な密着性を有する金属被膜は得られない。光通信用部品には長時間非常に高い耐久性が必要とされるためである。半田または溶接で接着する場合、金属被膜が熔融する

ため、金属被膜の剥離が生じる現象がおきる。この現象を「半田食われ」という。半田食われを防止するために、金属被膜には非常に強い密着性と十分な厚みが必要となる。

【 0 0 0 6 】**【特許文献 1】**

特開昭 6 1 - 9 3 4 1 9 号公報

【特許文献 2】

特開平 1 1 - 2 0 3 6 7 4 号公報

【 0 0 0 7 】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明はかかる問題を解決するためになされたものであり、高耐久性を有する光通信部品を提供するものである。

【 0 0 0 8 】**【課題を解決するための手段】**

本発明は、石英基材の表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成され、前記凹部を埋めて形成されるアンカー層を介して金属被膜が設けられていることを特徴とする石英製光通信部品に関するものである。

【 0 0 0 9 】

本発明により、石英製光通信部品をシリコンベンチに、金属的結合により強固に固定することができる。

【 0 0 1 0 】

金属的結合による固定とは、例えば、半田づけ、溶接等による固定をいう。簡易な装置で固定できる点では、半田付けが優れている。

【 0 0 1 1 】

石英製光通信部品をシリコンベンチに金属的結合により固定するためには、固定部分に金属被膜を設ける必要がある。半田付けで固定を行う場合は、金属被膜は半田の濡れ性の高い金属が好ましい。例えば、金属被膜は、Au、SnまたはAuとSnの合金を主成分とする材料で設けられることが好ましい。

【 0 0 1 2 】

本発明では、シリコンベンチおよび石英製光通信部品に対する前記金属被膜の付着力は極めて弱いため、金属被膜はアンカー層を介して設ける必要があることに着目した。アンカー層としては、比較的シリコンまたは石英に対し接着力の強い膜を用いると良い。例えば、PまたはBの少なくとも1つの元素とNi元素を含む材料で形成されることが好ましい。つまり、ニッケル燐、ニッケルボロンを含む材料である。ニッケル燐中の燐濃度は2～15at.%、ニッケルボロン中のボロン濃度は1～10at.%が好ましい。次亜燐酸を還元剤として使用する無電解ニッケルメッキにおいて、共析する燐濃度は2at.%～15at.%が好ましい。また、ジメチルアミンボランを還元剤として使用する無電解ニッケルメッキにおいては、共析するボロン濃度が1at.%～10at.%が好ましい。

【0013】

さらに、本発明の発明者らは、シリコン、および石英の表面処理を検討した。その結果、シリコンおよび石英の表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部を形成しすることに着目した。上記オーバーハング状の凹部が形成されていない場合、アンカー層を0.5 μ m以上の厚みで形成すると、膜応力のため表面から剥離してしまう。しかし、前記オーバーハング状の凹部を形成し、凹部を埋めてアンカー層を形成することにより、前記半田食われを防止できる十分な密着力および膜厚を確保することができた。アンカー層は、1 μ m以上の厚みで形成することが好ましい。

【0014】

この理由は、石英等の表面に設けられた凹部のオーバーハング状という特異な形状により、強固なアンカー効果が得られたためと考えられる。

【0015】

前記凹部の深さは、1～4 μ mであることが好ましく、前記凹部は、石英等表面上の直線15 μ mあたり1～4個形成されることが好ましい。この範囲で、アンカー層の強い接着力が得られる。また、前記凹部の深さは、アンカー層上に設ける金属被膜の表面の荒れを考えた場合にも、深さが4 μ m以下であることが好ましい。

【0016】

以下に、石英表面またはシリコン表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部

を形成する表面処理の方法について、シリコン基板を例にして記す。

【 0 0 1 7 】

先ずシリコン基板表面を物理的に研磨し、表面を荒らす。この物理的粗化はサンドブラスト或いは、#300～#1000の砥粒を用いるとよい。次いで化学的エッチングにより、さらに粗化する。この化学的エッチングは、フッ酸、フッ化アンモニウム及び酸性フッ化アンモニウムに過酸化水素を混合したエッチング液にシリコン基板を浸漬して行う。この工程により複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成される。石英を用いて同様の表面処理を行った場合も同様の結果を得た。

【 0 0 1 8 】

この工程により、前記凹部ができる要因は、化学的エッチング剤の一種として、過酸化水素等の酸化剤を用いているためと思われる。ここで、化学的エッチング剤に酸化剤を用いるため、シリコン基板表面は酸化され、シリコン基板上には、複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成されたシリコンの酸化物被膜が形成される。

【 0 0 1 9 】

シリコンの酸化物被膜が形成されることは、アンカー層を無電解鍍金で形成する場合、好都合である。無電解鍍金を行うには、Pd等の金属触媒が表面に付着する必要があるが、触媒はシリコンよりも石英等のシリコン酸化物への付着力が強いからである。

【 0 0 2 0 】

但し、化学的エッチングにより形成される酸化物被膜が薄い場合もあるので、別途酸化工程を設けることが好ましい。酸化工程は、例えば、1000℃～1100℃の水蒸気中にシリコン基板を放置する事によって行う。酸化物被膜は、1～2 μ m設けることが好ましい。

【 0 0 2 1 】

表面処理工程の後、酸化工程を設けることにより、シリコン基板上に複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成されたシリコンの酸化物被膜を確実に形成することができる。

【 0 0 2 2 】

尚、この酸化工程は、シリコンベンチ、シリコン基板等に金属被膜を設ける場合に必要な工程である。シリコンの酸化物である石英より形成される石英製光通信部品に金属被膜を設ける場合は、不要である。

【 0 0 2 3 】

石英製基板には、種々の部品をマウントさせる場合がある。特に、レーザダイオード等のアクティブ素子を実装した場合、発熱が問題となる。長時間の使用では、熱が原因で誤動作を起こす可能性がある。前記金属被膜は、石英製基板から効率よく熱を逃すように、放熱膜として用いることができる。これにより、光通信部品を長時間安定して駆動させることができ、高耐久性を維持できる。また前記金属被膜は、光電変換素子の電気信号出力の導電路としても用いることもできる。

【 0 0 2 4 】

本発明の前記金属被膜は、電気伝導性または熱伝導性の良い金属を主成分とする材料で設けられることが好ましい。前記電気伝導性または熱伝導性の良い金属は、Cu、NiまたはCrであることが好ましい。また、前記金属被膜は300 μ m以上の厚みで設けられることが好ましい。

【 0 0 2 5 】

光通信部品は高耐久性が要求されるため、前記金属被膜は石英基板と強い密着性が必要である。そこで本発明では、石英基板の表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部を形成し、さらに、前記凹部を埋めて形成されるアンカー層を介して金属被膜を設けている。

【 0 0 2 6 】

石英基板の表面に金属被膜を設ける方法は、以下の様に行う。上述のシリコン基板の表面処理を施し、石英基板表面に、複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成し、その後、無電解メッキによりアンカー層を形成する。凹部の深さ、アンカー層の膜厚等の最適値は、上述の場合と同様である。その後、電解メッキにより、金属被膜をCu、NiまたはCrを主成分とする材料により設ける。

【 0 0 2 7 】

上述の方法により、作製した本発明の石英製光通信部品は、金属被膜の接着強度が強く、長時間、安定して駆動可能である。

【0 0 2 8】

【発明の実施の形態】

（実施例 1）

外径 1 mm、長さ 2 mm の石英製レンズのレンズ面上に、カーボン膜をスパッタ法により 30 nm 成膜した。カーボン膜を設けることにより表面エネルギーが低下し、無電解鍍金の金属触媒がのらなくなるため、レンズ面には鍍金膜は施されなくなる。

【0 0 2 9】

次に、以下のようにレンズ外周側面に鍍金を施す。

①表面処理

対象物を # 800 の砥粒で物理的に研磨した。

その後、酸性フッ化アンモニウムを 4wt. %、過酸化水素を 11wt. % 含むエッチング液中に 10 分間常温で浸漬した。

【0 0 3 0】

②鍍金の為の前処理工程

対象物を 10 規定の水酸化ナトリウム水溶液中に 2 分間常温で浸漬した。水洗後、奥野製薬工業社製の陽イオン界面活性剤 OPC-370M の 75g/L 水溶液中に 3 分間常温で浸漬した。

【0 0 3 1】

③金属触媒核付与工程

水洗後、シプレーファースト社の一液系キャタリスト 9F の塩酸水溶液中に対象物を 3 分間常温で浸漬した。水洗後、シプレーファースト社のアクセラレーター 240 の硫酸水溶液中に 3 分間常温で浸漬した。

【0 0 3 2】

④アンカー層鍍金工程

水洗後、浴温 85℃ の日進化成の無電解 Ni メッキ液 NP-700 中に対象物を 5 分間浸漬した。これにより、ニッケル燐かならなるアンカー層が形成された。

【 0 0 3 3 】

⑤金属被膜鍍金工程

水洗後、浴温65℃の奥野製薬工業の置換型無電解Auメッキ液ムデンノーブルAU中に対象物を5分間浸漬し、金属被膜（Au膜）を設け、完成物を得た。

【 0 0 3 4 】

完成物の金属被膜表層付近の断面SEM像を観察した。対象物の表面には、多数のオーバーハング状凹部が確認でき、凹部の深さは平均 $2.3\mu\text{m}$ であった。断面写真において表面上の直線 $15\mu\text{m}$ あたり、約3個の凹部が形成されていた。アンカー層の厚さは $6\sim 8\mu\text{m}$ であり、アンカー層中のP濃度は8at.%であった。アンカー層上の金属被膜の厚さは100nmである。この金属被膜部分をScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、膜剥離は生じなかった。

【 0 0 3 5 】

次に、厚さ1.5mmで（100）面のシリコン基板に異方性エッチングを適し、幅 $1000\mu\text{m}$ 、深さ $500\mu\text{m}$ 、長さ5mmの台形のV溝を設け、シリコンベンチを作製した。

【 0 0 3 6 】

シリコンベンチのV溝部分に前記①の工程を施した。その後、1000℃の水蒸気中にシリコンベンチを5時間程放置し、表面に酸化物被膜を形成した。酸化物被膜の膜厚は、約 $1.2\mu\text{m}$ であった。更に前記②～⑤の工程を施し、V溝部分に金属被膜を有するシリコンベンチが完成した。

【 0 0 3 7 】

完成したシリコンベンチの金属被膜表層付近の断面SEM像を観察した。シリコンベンチのV溝部分には、多数のオーバーハング状凹部が形成されたシリコンの酸化物被膜が形成されていた。凹部の深さ、アンカー層の厚さ、金属被膜の厚さ、ピール試験の結果等、全て前記レンズの場合と同様であった。

【 0 0 3 8 】

前記シリコンベンチに前記レンズを半田で固定した。この際半田食われは生じなかった。半田付けした接着強度を測定した結果、2kg以上の接着強度を示した。さらにこのレンズを半田付けしたシリコンベンチを85℃, 90%RHの環境に2000時

間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったが、レンズがシリコンベンチ上から浮き上がったり脱離する事はなかった。

【 0 0 3 9 】

(実施例 2)

「④アンカー層鍍金工程」において、アンカー層用の無電解鍍金浴を「日本カニゼンの無電解NiBメッキ液カニボロン」にした以外は、実施例 1 と同様に、石英製レンズおよびシリコンベンチの鍍金を行った。したがって、アンカー層はニッケルボロンにより形成された。アンカー層中のB濃度は4at.%であった。

【 0 0 4 0 】

その後、作製した前記シリコンベンチに前記レンズを半田により固定した。全ての評価について、実施例 1 と同様の結果を得た。

【 0 0 4 1 】

(比較例 1)

実施例 1 の「①表面処理」をフッ酸のみによる処理に、具体的には「①表面処理：200ml/Lのフッ酸水溶液中に2分間常温で浸漬した。」とした以外は、実施例1と同様の方法で、レンズ外周側面およびシリコンベンチのV溝部分に金属被膜を設けた。

【 0 0 4 2 】

これをScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、（アンカー層）/（対象物）界面で膜剥離を生じた。次に、この金属被膜表層付近の断面SEM像を観察した。表面には、凹部は形成されてはいたが、オーバーハング状の凹部は存在せず、凹部の深さは0.5μmであった。

【 0 0 4 3 】

前記レンズを前記シリコンベンチに半田で固定した。半田付けの接着強度を測定した結果、接着強度は0.4kgであった。さらに半田付けしたレンズを85℃, 90%RHの環境に2000時間及び+85/-40℃のヒートサイクル500回を行ったところ、試験後レンズがシリコンベンチ上から浮き上がっていた。

【 0 0 4 4 】

(実施例 3)

片面にグレーティングが形成された石英基板の裏面（グレーティングが形成された面と反対側の面）に、前記①～⑤の手順で、鍍金を施し金属被膜を設けた。その後、表層付近の断面SEM像を観察した。表面には、多数のオーバーハング状凹部が形成されていた。凹部の深さは平均 $2.3\mu\text{m}$ であった。断面写真において表面上の直線 $15\mu\text{m}$ あたり、約3個の凹部が形成されていた。アンカー層の厚さは $6\sim 8\mu\text{m}$ であり、アンカー層中のP濃度は8at.%であった。アンカー層上の金属被膜の厚さは100nmである。この金属被膜部分をScotchのメンディングテープ810を用いてピール試験を行ったが、膜剥離は生じなかった。

【 0 0 4 5 】

【発明の効果】

以上のように、石英製光通信部品の表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成し、前記凹部を埋めて形成されるアンカー層を介して金属被膜を設けるとにより、高耐久性を有する光通信部品を提供できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高耐久性を有する光通信部品を提供できる。

【解決手段】 石英基材の表面に複数の微細なオーバーハング状の凹部が形成され、前記凹部を埋めて形成されるアンカー層を介して金属被膜を設ける。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 4 7 8 3 7
受付番号	5 0 3 0 0 3 0 3 0 3 1
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0 0 9 0
作成日	平成 1 5 年 2 月 2 6 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成15年 2月25日

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 4 7 8 3 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 5 8 1 0]

1 . 変更年月日

2 0 0 2 年 6 月 1 0 日

[変更理由]

住所変更

住 所

大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番 8 8 号

氏 名

日立マクセル株式会社